



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 42 00 869 A 1

⑤1 Int. Cl.⁵:
G 01 N 21/35
G 02 B 21/18

②1 Aktenzeichen: P 42 00 869.7
②2 Anmeldetag: 15. 1. 92
④3 Offenlegungstag: 23. 7. 92

05

DE 42 00 869 A 1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
16.01.91 JP P 3-15767

⑦1 Anmelder:
Horiba Ltd., Kyoto, JP

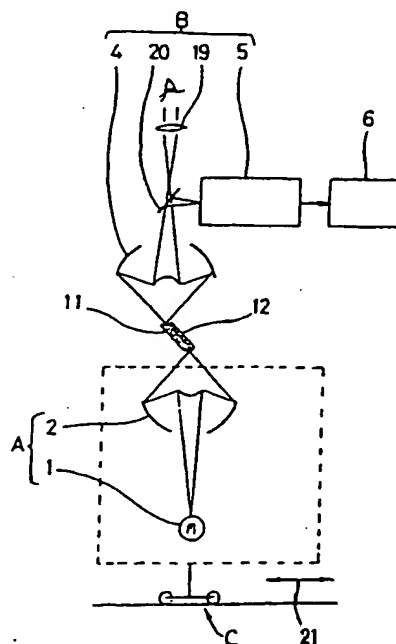
⑦4 Vertreter:
ter Meer, N., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Müller, F.,
Dipl.-Ing., 8000 München; Steinmeister, H.,
Dipl.-Ing.; Wiebusch, M., 4800 Bielefeld; Urner, P.,
Dipl.-Phys. Ing.(grad.), Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦2 Erfinder:
Yamaguchi, Tetsuji, Kyoto, JP; Ukon, Juichiro,
Ibaraki, Osaka, JP; Ikemoto, Kazuyuki, Uji, Kyoto, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Infrarot Mikroskop-Spektrometer

⑤7 Die Erfindung betrifft ein Infrarot Mikroskop-Spektrometer mit einer Kollektoreinrichtung (A) zum Bündeln von Infrarotstrahlen auf eine zu untersuchende Probe sowie eine Abbildungseinrichtung (B) zur Abbildung des Bilds der Probe auf die Eingangsfläche eines Spektrometersystems (5). Ein Bewegungsmechanismus (C) dient zur Bewegung von Kollektoreinrichtung (A) und/oder Abbildungseinrichtung (B) relativ zueinander und senkrecht zu optischen Achse, damit eine ATR Analyse durchgeführt werden kann. Zwischen beiden Einrichtungen (A, B) wird dazu ein ATR Kristall (11), der die Probe (12) trägt, so drehbar angeordnet, daß irgendeiner seiner Endbereiche an der Seite, wo Licht auftrifft, oder an der Seite, wo Licht emittiert wird, im Drehzentrum zu liegen kommt.



DE 42 00 869 A 1

BEST AVAILABLE COPY

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Infrarot Mikroskop-Spektrometer gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Ein konventionelles Infrarot Mikroskop-Spektrometer ist in Fig. 6 gezeigt. Gemäß Fig. 6 treffen Infrarotstrahlen nach Durchlaufen einer Kondensorlinse 2, die beispielsweise eine Cathegrain Objektivlinse sein kann, auf eine Probe 3 auf. Das durch die Probe 3 hindurchgetretene Licht dient zur Erzeugung eines vergrößerten Bildes mit Hilfe einer Objektivlinse 4, die ebenfalls eine Cathegrain Objektivlinse sein kann. Die so gewonnene Strahlung wird anschließend spektral zerlegt, wozu ein spektrometrisches System 5 dient. Auf einer Anzeigeeinrichtung 6 läßt sich dann ein Analyseergebnis darstellen.

Darüber hinaus ist die sogenannte ATR (Attenuated Total Reflection) Analyse bekannt, die z. B. in Fällen durchgeführt wird, bei denen ein Transmissionsspektrum aufgrund extrem starker Absorption des Probenmaterials nur schwer zu erhalten ist. Hier wird die Probe in besonderer Weise hergestellt, um eine Messung des Transmissionsspektrums zu ermöglichen.

Die Fig. 7 zeigt den allgemeinen Aufbau eines Infrarot Mikroskop-Spektrometers für die ATR Analyse. Kollektorlinsen oder Hohlspiegel sind dabei mit den Bezugszeichen 7 und 8 versehen, während flache Spiegel die Bezugszeichen 9 und 10 tragen. Ein reflektierendes und hochbrechendes optisches Medium, beispielsweise ein ATR Kristall 11 aus hochbrechendem Material, wie z. B. KRS-5, Germanium und Silizium, befindet sich innerhalb eines optischen Weges zwischen den flachen Spiegeln 9 und 10, während eine Probe 12 auf einer Oberfläche dieses ATR Kristalls 11 so angeordnet ist, daß sie sich in engem Kontakt mit dem ATR Kristall 11 befindet.

Bei einem Infrarotspektrometer, das nach dem obigen ATR Verfahren arbeitet, und das in der in Fig. 7 dargestellten Weise aufgebaut ist, treffen zunächst Infrarotstrahlen von einer nicht dargestellten Lichtquelle über den Hohlspiegel 7 und den flachen Spiegel 9 auf den ATR Kristall 11 auf. Diese Infrarotstrahlen werden totalreflektiert, wobei zu dieser Zeit Infrarotstrahlen mit einer bestimmten Wellenlänge durch eine in der Probe 12 vorhandene und zu messende Substanz absorbiert werden. Die Absorption erfolgt in Abhängigkeit der Art eines primären bzw. induzierenden Radikals der zu messenden Substanz. Schließlich treffen die Infrarotstrahlen, die durch den ATR Kristall 11 totalreflektiert wurden und durch die Probe 12 hindurchgelaufen sind, auf ein nicht dargestelltes Spektrometer auf, und zwar nach Reflexion am flachen Spiegel 10 sowie am Hohlspiegel 8, um ein Spektrum in Übereinstimmung mit der zu messenden Substanz zu erzeugen.

Bei dem zuerst genannten optischen System des Infrarot Mikroskop-Spektrometers treffen, wie bereits erwähnt, die von der Lichtquelle 1 kommenden Infrarotstrahlen gebündelt auf die Probe 3 auf, wobei die Bündelung mit Hilfe der Kondensorlinse 2 erfolgt. Das durch die Probe 3 hindurchtretende Licht dient zur Erzeugung eines vergrößerten Bildes, wie die Fig. 6 erkennen läßt, so daß die Kondensorlinse 2 und die Objektivlinse 4 auf der selben Achse liegen müssen.

Andererseits sind bei einem Infrarotspektrometer, das nach dem ATR Verfahren arbeitet, die optischen Achsen der Infrarotstrahlung, die auf den ATR Kristall 11 auftrifft, und der Infrarotstrahlung, die totalreflek-

tiert worden ist, voneinander verschieden, wie die Fig. 7 zeigt, so daß es bisher nicht möglich war, in einem Infrarot Mikroskop-Spektrometer eine ATR Analyse auszuführen. In Abhängigkeit einer zu messenden Probe kamen daher verschiedene Spektrometerarten zum Einsatz. Wie oben erwähnt, wurden bisher die Mikroskop-spektrometrie für den Infrarotbereich und die ATR Analyse mit Hilfe verschiedener Apparaturen durchgeführt. In neuerer Zeit war man jedoch auch bestrebt, zur ATR Analyse einen ATR Kristall 11 in ein Infrarotspektrometer einzubauen, wie Fig. 8 erkennen läßt. Entsprechend der Fig. 8 sind zusätzlich Kollektorspiegel 13 und 14 vorgesehen, während darüber hinaus flache Spiegel 15, 16, 17 und 18 vorhanden sind.

Bei dem in Fig. 8 gezeigten Aufbau ist es allerdings erforderlich, die Position der Kollektorspiegel 13 und 14 sowie der flachen Spiegel 15, 16, 17 und 18 immer dann einzustellen, wenn sich der Einfallswinkel der Infrarotstrahlen auf den ATR Kristall 11 ändert oder die Probe 12 ausgetauscht wird.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Infrarot Mikroskop Spektrometer zu schaffen, mit dem sich in einfacher Weise auch die ATR Analyse durchführen läßt, bei dem sich die optische Achse leicht einstellen läßt, und das einen merkbar verringerten optischen Verlust aufweist.

Die Lösung der gestellten Aufgabe ist im kennzeichnenden Teil des Patentanspruchs 1 angegeben. Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind den Unteransprüchen zu entnehmen.

Ein Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach der Erfindung mit

- einer Kollektoreinrichtung, die eine Lichtquelle und eine Kondensorlinse zum Bündeln von Infrarotstrahlen enthält, die von der Lichtquelle emittiert werden, und
- einer Abbildungseinrichtung, die eine Objektivlinse aufweist, welche anhand von Infrarotstrahlen, die durch eine Probe hindurchgetreten oder an ihr reflektiert worden sind, ein Bild der Probe erzeugt, die von den Infrarotstrahlen bestrahlt wird, welche die Kollektoreinrichtung gebündelt hat, sowie ein Spektrometersystem enthält, um das durch die Probe hindurchgetretene oder an ihr reflektierte Licht zu analysieren, zeichnet sich dadurch aus, daß
- ein Bewegungsmechanismus vorhanden ist, um die Kollektoreinrichtung und/oder die Abbildungseinrichtung in Richtung senkrecht zu optischen Achse relativ zueinander zu verschieben, und
- zwischen beiden Einrichtungen ein ATR Kristall so drehbar angeordnet ist, daß irgendeiner seiner Endbereiche an der Seite, wo Licht auf ihn auftrifft, oder an der Seite, wo dieser Licht emittiert, im Drehzentrum zu liegen kommt, um die ATR Analyse durchzuführen.

In Übereinstimmung mit der Erfindung können entweder die Kollektoreinrichtung und/oder die Abbildungseinrichtung unter rechten Winkeln zur optischen Achse relativ zueinander verschoben werden, so daß sich innerhalb eines herkömmlichen Infrarot Mikroskop-Spektrometers auch eine ATR Analyse durchführen läßt. Der ATR Kristall, welcher die zu untersuchende Probe trägt, ist zwischen der Kollektoreinrichtung und der Abbildungseinrichtung so drehbar angeordnet, daß irgendeiner seiner Endbereiche an der Seite, wo Licht auf ihn auftrifft, oder an der Seite, wo Licht von

diesem abgestrahlt wird, das Zentrum der Drehung bildet. Die optischen Achsen können daher sehr einfach aufeinander abgestimmt werden, während sich andererseits optische Verluste merklich reduzieren lassen, da die Brennpunkte exakt auf die Stirnflächen des ATR Kristalls justiert werden können.

Die Erfindung wird nachfolgend unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1 eine optische Anordnung eines Infrarot Mikroskop-Spektrometers vom Transmissionstyp,

Fig. 2 den optischen Aufbau des Spektrometers bei Durchführung einer ATR Analyse,

Fig. 3 eine perspektivische Ansicht eines Beispiels einer Halteeinrichtung für einen ATR Kristall,

Fig. 4 einen Longitudinalschnitt durch die Halteeinrichtung,

Fig. 5 eine perspektivische Ansicht eines anderen bevorzugten Ausführungsbeispiels der Halteeinrichtung für den ATR Kristall,

Fig. 6 den optischen Aufbau eines konventionellen Infrarot Mikroskop-Spektrometers vom Transmissionstyp,

Fig. 7 den optischen Aufbau einer Einrichtung zur Durchführung der konventionellen ATR Analyse und

Fig. 8 den optischen Aufbau eines Infrarotspektrometers, das auch in der Lage ist, eine ATR Analyse auszuführen.

Bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung werden nachfolgend unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher beschrieben. Gleiche Elemente wie in den Fig. 6 bis 8 sind dabei mit den gleichen Bezugszeichen versehen.

Die Fig. 1 und 2 zeigen ein Ausführungsbeispiel eines Infrarot Mikroskop-Spektrometers nach der vorliegenden Erfindung. In den Fig. 1 und 2 ist eine Kollektoreinrichtung mit dem Bezugszeichen A versehen. Diese Kollektoreinrichtung A enthält eine Lichtquelle 1 und eine Kondensorlinse 2. Eine Abbildungseinrichtung zur vergrößerten Abbildung trägt das Bezugszeichen B und enthält wenigstens eine Objektivlinse 4, ein spektrometrisches System 5, ein Okkular 19, einen Umschaltspiegel 20 zur Umschaltung eines optischen Weges, und dergleichen. Der oben beschriebene Aufbau ist derselbe wie beim konventionellen Infrarot Mikroskop-Spektrometer.

Das Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach der Erfindung unterscheidet sich vom konventionellen Spektrometer jedoch dadurch, daß das erfindungsgemäße Spektrometer einen Bewegungsmechanismus C aufweist, mit dessen Hilfe es möglich ist, die Kollektoreinrichtung A gleitend zu verschieben, und zwar in Richtung rechtwinklig zu einer optischen Achse, wobei der ATR Kristall 11 zwischen beiden Einrichtungen A und B angeordnet ist. Der ATR Kristall 11 ist dabei mit irgendeinem seiner Endbereiche an der Seite, an der Licht auftrifft, oder an der Seite, an der Licht emittiert wird, drehbar, wobei der Endbereich bzw. die Seite im Drehzentrum liegt.

Mit anderen Worten ist es möglich, mit Hilfe des Bewegungsmechanismus C manuell oder automatisch die Kollektoreinrichtung A in Richtung des Doppelpfeils 21 in Fig. 1 zu verschieben, um einen Abstand zwischen der optischen Achse der Kollektoreinrichtung A und der optischen Achse der Abbildungseinrichtung B zu erhalten, falls dies gewünscht ist. Bezüglich des Bewegungsmechanismus C ist eine Markierung an einer Position der Kollektoreinrichtung A vorhanden, in der sich die Kollektoreinrichtung A befinden muß, wenn die her-

kömmliche Mikroskopspektrometrie im Infrarotbereich durchgeführt werden soll. Darüber hinaus ist eine Markierung an einer Position für die Kollektoreinrichtung A vorhanden, in der sie sich befinden muß, wenn eine ATR Analyse ausgeführt werden soll. Für die Positionierung der Kollektoreinrichtung A können auch Begrenzerschalter verwendet werden, um diese Einrichtung wiederholt positionieren zu können, wenn dies mit Hilfe eines Motors, oder dergleichen geschieht.

Darüber hinaus wird der ATR Kristall 11 in einer Halteeinrichtung 22 gehalten, die in den Fig. 3 und 4 dargestellt ist. Die Halteeinrichtung 22 befindet sich auf einem nicht dargestellten Träger, der zwischen der Kollektoreinrichtung A und der Abbildungseinrichtung B angeordnet ist. Der Aufbau der Halteeinrichtung 22 wird nachfolgend näher beschrieben.

In den Fig. 3 und 4 ist eine Basisplatte mit dem Bezugszeichen 23 versehen, die in ihrem Zentrum eine Lichteintrittsöffnung 24 aufweist, durch die Licht von der Lichtquelle 1 hindurchtreten kann. Ferner befindet sich an der Seite der Basisplatte 23 eine mit ihr verbundene Seitenplatte 25, die z. B. senkrecht zur Basisplatte 23 steht.

Mit dem Bezugszeichen 26 ist ein Probenhalter bezeichnet, der z. B. aus Aluminium hergestellt ist. Dieser Probenhalter ist um eine Achse, die später noch beschrieben wird, drehbar, wobei die Achse als Drehzentrum dient. Diese Achse befindet sich an der unteren Seite der Seitenplatte 25. Der Probenhalter 26 weist eine Halteöffnung 27 an seiner unteren Seite auf (an der zur Basisplatte 23 gerichteten Seite), so daß also die Halteöffnung 27 in Richtung der Lichteintrittsöffnung 24 weist.

Der in diesem Ausführungsbeispiel benutzte ATR Kristall 11 ist z. B. 1 mm dick, 10 mm lang und 5 mm breit, während eine Probe 12 eine Abmessung von z. B. 500 µm · 500 µm aufweist. Mit dem Bezugszeichen 28 sind Kristallbefestigungsschrauben bezeichnet, die in den Probenhalter 26 einschraubbar sind, während die Bezugszeichen 29, 30 plattenförmige Probengegenlager bezeichnen, welche z. B. aus Aluminium bestehen. Ein Probengegenlager 29, das plattenförmig ausgebildet ist, weist nicht dargestellte Durchgangsöffnungen auf, durch die jeweils ein Kopfteil der Kristallbefestigungsschrauben 28 geführt ist. Darüber hinaus laufen Gegenlager-Befestigungsschrauben 31 durch das Probengegenlager 29 hindurch. Das andere Probengegenlager 30 ist mit einem nicht dargestellten Vorsprung versehen, dessen Höhe etwa halb so groß ist wie die Dicke des Probenhalters 26, sowie mit Gewindebohrungen, in die die Gegenlager-Befestigungsschrauben 31 einschraubbar sind.

Der ATR Kristall 11 und die Probe 12 werden in der nachfolgend beschriebenen Weise am Probenhalter 26 befestigt: zuerst wird der ATR Kristall 11 in die Halteöffnung 27 eingesetzt und dann mit Hilfe der Kristallbefestigungsschrauben 28 am Probenhalter 26 befestigt. Danach wird die Probe 12 klebend zwischen beiden Oberflächen in Richtung der Dicke des ATR Kristalls 11 gehalten, und zwar in einer Position in der Nähe der Lichteintrittsöffnung 24, wobei sich die Probengegenlager 29, 30 an beiden Oberflächen des Probenhalters 26 befinden, um die Probe 12 zwischen dem ATR Kristall 11 und den Probengegenlagern 29, 30 aufzunehmen, und wobei ferner die Gegenlager-Befestigungsschrauben 31, die das Gegenlager 29 durchlaufen, festgedreht werden, um auf diese Weise die Probe 12 zu fixieren. Das Probengegenlager 30 ist, wie bereits erwähnt, mit einem

Vorsprung versehen, wobei die Probe 12 unmittelbar am ATR Kristall 11 anliegt und mit diesem verklebt ist. Beim Befestigen der Probengegenlager drücken die Schraubenköpfe der Schrauben 31 gegen das Probenlager 29, während gleichzeitig das hintere Gegenlager 30 gegen die Platte 26 gezogen wird.

Nachfolgend werden die Konstruktionselemente näher beschrieben, die zur drehbaren Lagerung des Probenhalters 26 dienen. Der Probenhalter 26 weist an seiner einen Endseite einen Block 32 auf, mit dem er fest verbunden ist. Der Block 32 ist drehbar um eine horizontale Achse 33 gelagert, wobei sich die horizontale Achse 33 an der unteren Seite der Seitenplatte 25 befindet. Die horizontale Achse 33 verläuft parallel zur Basisplatte 23. Darüber hinaus ist die Seitenplatte 25 mit einer nicht dargestellten kreisförmigen Führungsnut versehen, die coaxial zur horizontalen Achse 33 verläuft. Die kreisförmige Führungsnut liegt im oberen Bereich der Seitenplatte 25. Der Block 32 ist mit einer nicht dargestellten Gewindebohrung versehen, und zwar an der der Seitenplatte 25 zugewandten Seite, so daß die Gewindebohrung der Führungsnut gegenüberliegt. Die Position des Probenhalters 26 läßt sich dadurch einstellen bzw. fixieren, daß von außen eine Probenhalter-Fixierungsschraube 34 entlang der Führungsnut bewegt wird und damit den Probenhalter 26 mitnimmt, in den die Schraube 34 hineingeschraubt ist. Bei Erreichen der gewünschten Stellung wird die Probenhalter-Fixierungsschraube 34 angezogen und damit die Lage des Probenhalters 26 fixiert. Der Probenhalter 26 kann z. B. so um die Achse 33 gedreht werden, daß er einen Winkel von 30 bis 60° relativ zur Basisplatte 23 einnimmt. Dabei ist die Achse 33 das Zentrum der Drehung. Zur beabsichtigten Drehung wird zunächst die Probenhalter-Fixierungsschraube 34 gelöst, so daß sich dann der Probenhalter 26 entsprechend drehen läßt, wenn sich z. B. der Einfallswinkel der Strahlung auf den ATR Kristall 11 verändert. Mit dem Bezugszeichen 35 ist eine Skala für unterschiedliche Einfallswinkel bezeichnet. Die Skala gibt den jeweiligen Einfallswinkel der Infrarotstrahlen auf den ATR Kristall an, wobei sie innen an der oberen Seite der Seitenplatte 25 angebracht ist. Mit dem Bezugszeichen 36 ist ein kleiner Stift versehen, der am oberen Ende des Blocks 32 befestigt ist und der Skala 35 gegenüberliegt, um die Drehstellung des Probenhalters 26 auf der Skala 35 anzeigen zu können.

Die Brennpunkte von Kondensorlinse 2 und Objektivlinse 4 lassen sich durch Auf- und Abwärtsbewegung der genannten Stufen oder der Kondensorlinse 2 einstellen, und zwar üblicherweise mit Hilfe sichtbaren Lichts, um den Strahlenweg in Übereinstimmung mit der Endfläche des ATR Kristalls 11 zu bringen.

Nachfolgend wird eine mit Hilfe des Infrarot Mikroskop-Spektrometers nach der Erfindung durchgeführte Messung im einzelnen beschrieben. Hierzu wird zunächst auf die Fig. 1 Bezug genommen. Zu Beginn der Messung wird zunächst der Spiegel 20, der zur Umschaltung des optischen Weges dient, aus dem optischen Weg herausgenommen, um mit Hilfe des sichtbaren Lichts von der Lichtquelle 1 und der Objektivlinse 4 ein vergrößertes Bild zu erzeugen. Dabei wird das Bild einer Probe 3 mit Hilfe des Okkulars 19 betrachtet. Für den Fall einer spektrometrischen Messung wird die Lichtquelle 1 durch eine Infrarotlichtquelle ersetzt, wobei dann die Infrarotstrahlung von der Lichtquelle 1 auf die Probe 3 auftrifft, nachdem sie die Kondensorlinse 2 durchlaufen hat. In diesem Fall befindet sich der Spiegel 20 zur Umschaltung des optischen Wegs zwischen Ob-

jektivlinse 4 und Okkular 19, um das Licht von der Objektivlinse 4 in das spektrometrische System 5 zu leiten. Innerhalb des spektrometrischen Systems 5 erfolgt dann die Erzeugung eines Spektrums mit Hilfe eines Spektrometers, wobei das erhaltene Spektrum auf einer Abbildungseinrichtung 6 abgebildet wird, die in Fig. 1 zu erkennen ist.

Für den Fall einer ATR Analyse wird eine durch den ATR Kristall 11 erzeugte Verschiebung der optischen Achsen von einfallender Infrarotstrahlung und emittierter Infrarotstrahlung dadurch kompensiert, daß die Kollektoreinrichtung A mit Hilfe des Bewegungsmechanismus C verschoben wird. Gemäß Fig. 2 wird zunächst der Spiegel 20, der zur Umschaltung des optischen Weges dient, aus dem optischen Weg herausgenommen, um sichtbares Licht, das von der Lichtquelle 1 kommt, mit Hilfe des Okkulars 19 zu betrachten. Das sichtbare Licht wird zunächst mit Hilfe der Kondensorlinse 2 gesammelt und trifft dann auf die Endfläche des ATR Kristalls 11 auf, der durch die in Fig. 3 gezeigte Halteeinrichtung 22 gehalten ist, und zwar zusammen mit der Probe 12. Das durch Totalreflexion innerhalb des ATR Kristalls erzeugte und von ihm emittierte Licht durchläuft schließlich die Objektivlinse 4, um eine vergrößerte Abbildung zu erhalten. Durch Beobachtung dieses Bilds mit Hilfe des Okkulars 19 kann somit die optische Achse des den ATR Kristall 11 durchlaufenden Lichts dadurch eingestellt werden, daß auf die Endfläche des ATR Kristalls 11 justiert wird. Hierzu kann auch der ATR Kristall 11 parallel zur Einrichtung A verschoben werden. Ist jetzt die Probenhalter-Fixierungsschraube 34 gelöst, kann der Probenhalter 26 um die als Zentrum dienende Achse 33 gedreht werden, so daß der Stift 36 zur Anzeige des Einfallswinkels eine gewünschte Position einnimmt, die sich auf der Skala 35 ablesen läßt.

Nachdem die optischen Achsen in der oben beschriebenen Weise eingestellt worden sind, wird die Lichtquelle 1 durch eine Infrarotlichtquelle ausgetauscht, während andererseits auch der optische Spiegel 20 zur Änderung des optischen Lichtwegs wieder zwischen Objektivlinse 4 und Okkular 19 eingesetzt wird, um nun die Infrarotstrahlung von der Lichtquelle 1, nachdem sie von der Kondensorlinse 2 gesammelt worden ist, die Endfläche des ATR Kristalls 11 durchsetzt hat, im ATR Kristall 11 total reflektiert wurde und aus der Objektivlinse 4 ausgetreten ist, zum Spektrometersystem 5 zu leiten. Hier wird dann die ATR Analyse durchgeführt.

Wie aus der vorangegangenen Beschreibung hervorgeht, wird bei Drehung des Probenhalters 26 ein Endteil des ATR Kristalls 11, auf das das Licht von der Lichtquelle 1 auftrifft, gedreht, wobei das Endteil im Drehzentrum liegt, so daß sich der Winkel des ATR Kristalls 11 kontinuierlich ändern läßt, um die Position der Endfläche an der lichtemittierenden Seite des ATR Kristalls 11 auf den Verschiebeabstand zwischen den optischen Achsen einzustellen. Der Drehwinkel kann jeden gewünschten Wert annehmen. Der Probenhalter 26, der den ATR Kristall 11 hält, und die Objektivlinse 4 können dabei gleichzeitig bewegt werden, wobei der Abstand zwischen ihnen konstant bleibt. Zusätzlich kann eine Verschiebung zwischen den optischen Achsen infolge einer Differenz im Einfallswinkel dadurch kompensiert werden, daß die Kollektoreinrichtung A in Richtung senkrecht zur optischen Achse mit Hilfe des Bewegungsmechanismus C verschoben wird.

Die Erfindung ist nicht auf das oben dargestellte Ausführungsbeispiel beschränkt. Vielmehr ist in Fig. 5 eine weitere Abwandlung gezeigt. Bei dem in Fig. 5 gezeig-

ten Probenhalter 26 handelt es sich um einen solchen, der von der Seitenplatte 25 abgenommen werden kann. Hierzu ist die Seitenplatte 25 mit einem Halte-Passungsteil 37 verbunden, das in derselben Weise wie der Block 32 des zuvor beschriebenen Ausführungsbeispiels drehbar ist. Ein Endbereich 38 des Probenhalters 26 läßt sich dabei in das Halte-Passungsteil 37 einsetzen, um den Probenhalter 26 lösbar mit dem Halte-Passungsteil 37 zu verbinden. Wird als Halte-Passungsteil 37 ein sogenannter "Ball-plunger" (Kugel-Kolben) verwendet, so wird keine Verschiebung hinsichtlich der optischen Achse und des Winkels erzeugt, so daß sich der Probenhalter 26 mit guter Reproduzierbarkeit einsetzen läßt.

Bei den obigen Ausführungsbeispielen konnte der zwischen der Kollektoreinrichtung A und der Abbildungseinrichtung B angeordnete ATR Kristall 11 so gedreht werden, daß sich ein Endbereich dieses ATR Kristalls 11 im Drehzentrum befand auf diesen Endbereich traf die einfallende Strahlung auf, und zwar kommend von der Lichtquelle. Es ist aber auch möglich, denjenigen Endbereich des ATR Kristalls 11, durch den das Licht aus diesem austritt, in entsprechender Weise zu drehen, wobei dann dieser Endbereich im Drehzentrum liegt. Statt die Kollektoreinrichtung A zu verschieben, kann auch die Abbildungseinrichtung B verschoben werden. Die Probe 12 ist darüber hinaus nicht auf eine bestimmte Größe beschränkt. Insbesondere kann sie auch genauso groß sein wie der ATR Kristall 11. Darüber hinaus kann sich die Probe 12 auch an beiden Oberflächen des ATR Kristalls befinden, beispielsweise mit den Oberflächen verklebt sein. Andererseits müssen sich die obigen Ausführungsbeispiele nicht unbedingt auf Infrarot Mikroskop-Spektrometer vom Transmissionsstyp beziehen, sondern können auch Infrarot Mikroskop-Spektrometer vom Reflexionstyp betreffen.

In Übereinstimmung mit der Erfindung können die Kollektoreinrichtung A und die Abbildungseinrichtung B unter rechten Winkeln zur optischen Achse relativ zueinander verschoben werden, so daß sich mit dem Infrarot Mikroskop-Spektrometer auch eine ATR Analyse durchführen läßt. Der ATR Kristall ist drehbar angeordnet, und zwar so, daß entweder sein Endbereich, auf den die Strahlung auftrifft, oder sein Endbereich, der die Strahlung wieder emittiert, im Drehzentrum liegen. Auf diese Weise lassen sich der Einfallswinkel des Lichts, das auf den ATR Kristall auftrifft, oder der Emissionswinkel des Lichts, das vom ATR Kristall abgestrahlt wird, einfach einstellen, wobei auch die Einstellgrenzen minimal gehalten können. Neben der Regulierung der optischen Achsen läßt sich auch die Fokusposition sicher einstellen, und zwar auf die Endfläche des ATR Kristalls, wodurch sich die optischen Verluste merklich reduzieren.

Das Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach der Erfindung kann sowohl in herkömmlicher Weise gemäß Fig. 1 zur spektralen Untersuchung von Proben dienen als auch zur Durchführung einer ATR (Attenuated Total Reflection) Analyse verwendet werden, wozu der in Fig. 2 gezeigte Aufbau realisiert werden muß. Hierzu sind die Kollektoreinrichtung A mit der Lichtquelle 1 und der Objektivlinse 2 einerseits und/oder die Abbildungseinrichtung B andererseits relativ zueinander verschiebbar, und zwar senkrecht zur optischen Achse des in Fig. 1 gezeigten Gesamtsystems. Die genannte optische Achse läuft in Fig. 1 von der Lichtquelle 1 zum Okkular 19. Der ATR Kristall 11, an dem die Probe 12 befestigt ist, befindet sich an einem schwenkbar gelagerten Probenhalter 26, der z. B. an der Verschiebung der

Kollektoreinrichtung A teilnimmt, so daß das aus der Kollektoreinrichtung A austretende Lichtbündel immer auf die eine Stirnseite des ATR Kristalls 11 trifft. Um einen gewünschten Einfallswinkel für dieses Lichtbündel einzustellen, kann der ATR Kristall gedreht werden, wobei die Drehachse in der Stirnfläche des Kristalls zu liegen kommt, auf die das Lichtbündel auftrifft. Diese in der Kristallstirnfläche liegende Drehachse liegt dabei senkrecht zur optischen Achse der Kollektoreinrichtung A. Ist der Einfallswinkel eingestellt, so kann das Gesamtsystem aus Kollektoreinrichtung A und ATR Kristall 11 so verschoben werden, daß die Lichtaustrittsfläche des ATR Kristalls 11 mit der optischen Achse der Abbildungseinrichtung B zum Schnitt kommt. Liegt die Drehachse des ATR Kristalls 11 in seiner lichtemittierenden bzw. Lichtaustrittsfläche, so braucht nur die Kollektoreinrichtung A verschoben zu werden.

Patentansprüche

1. Infrarot Mikroskop-Spektrometer mit

- einer Kollektoreinrichtung (A), die eine Lichtquelle (1) und eine Kondensorlinse (2) zum Bündeln von Infrarotstrahlen enthält, die von der Lichtquelle (1) emittiert werden, und
- einer Abbildungseinrichtung (B), die eine Objektivlinse (2) aufweist, welche anhand der Infrarotstrahlen, die durch eine Probe (3) hindurchgetreten oder an ihr reflektiert worden sind, ein Bild der Probe (3) erzeugt, welche von den Infrarotstrahlen bestrahlt wird, die die Kollektoreinrichtung (A) gebündelt hat, sowie ein Spektrometersystem (5) enthält, um das durch die Probe (3) hindurchgetretene oder an ihr reflektierte Licht zu analysieren,

dadurch gekennzeichnet, daß

- ein Bewegungsmechanismus (C) vorhanden ist, um die Kollektoreinrichtung (A) und die Abbildungseinrichtung (B) in Richtung senkrecht zur optischen Achse relativ zu einander zu verschieben, und
- zwischen beiden Einrichtungen (A, B) ein ATR Kristall (11) so drehbar angeordnet ist, daß irgendeiner seiner Endbereiche an der Seite, wo Licht auftrifft, oder an der Seite, wo Licht emittiert wird, im Drehzentrum liegt, um die ATR Analyse durchzuführen.

2. Infrarot Mikroskop -Spektrometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehzentrum des ATR Kristalls (11) an seiner Seite liegt, die Licht emittiert, und die optische Achse der Abbildungseinrichtung (B) durch dieses Drehzentrum verläuft.

3. Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehzentrum des ATR Kristalls (11) an seiner Seite liegt, auf die Licht auftrifft, und die optische Achse der Kollektoreinrichtung (A) durch dieses Drehzentrum verläuft.

4. Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der ATR Kristall (11) an einem plattenförmigen Probenhalter (26) fixierbar ist, welcher um eine Achse (33) schwenkbar ist, die parallel zur Probenhalterplatte verläuft.

5. Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Achse (33) in einer Seitenplatte (25) gelagert ist, die Mittel

(34) zum Feststellen des Probenhalters (26) aufweist.

6. Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Seitenplatte (25) an einer Basisplatte (23) befestigt ist, welche eine Öffnung (24) aufweist, durch die hindurch Licht auf den am Probenhalter (26) fixierten ATR Kristall (11) auftrifft.

7. Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Achse (33) einen Halteblock (32) trägt, an dem der Probenhalter (26) lösbar befestigt ist.

8. Infrarot Mikroskop-Spektrometer nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß am Halteblock (32) ein Anzeigestift (36) und an der Innenwand der Seitenplatte (25) eine Skale (35) angebracht sind, um den Schwenkwinkel des Probenhalters (26) gegenüber der Basisplatte (23) anzuzeigen.

Hierzu 7 Seite(n) Zeichnungen

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

— Leerseite —

Fig.1

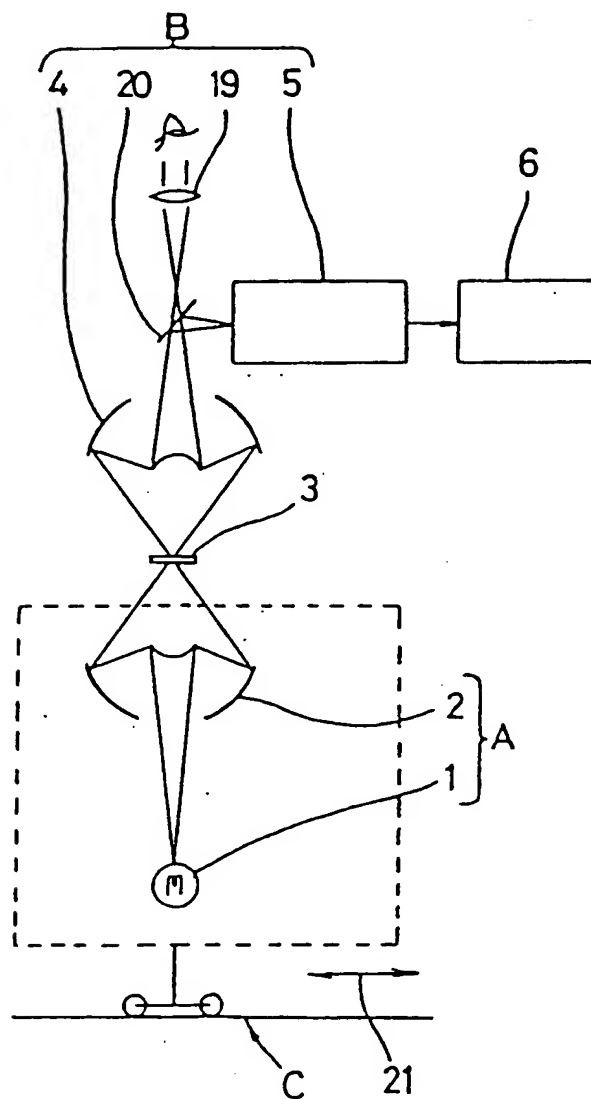


Fig. 2

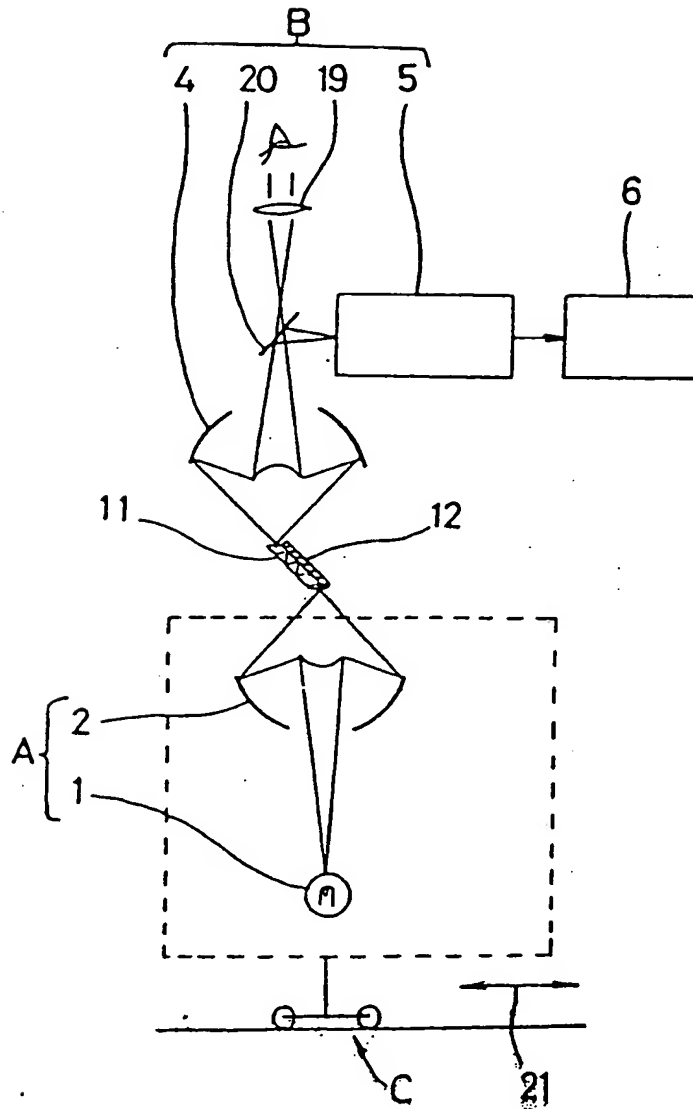


Fig. 3

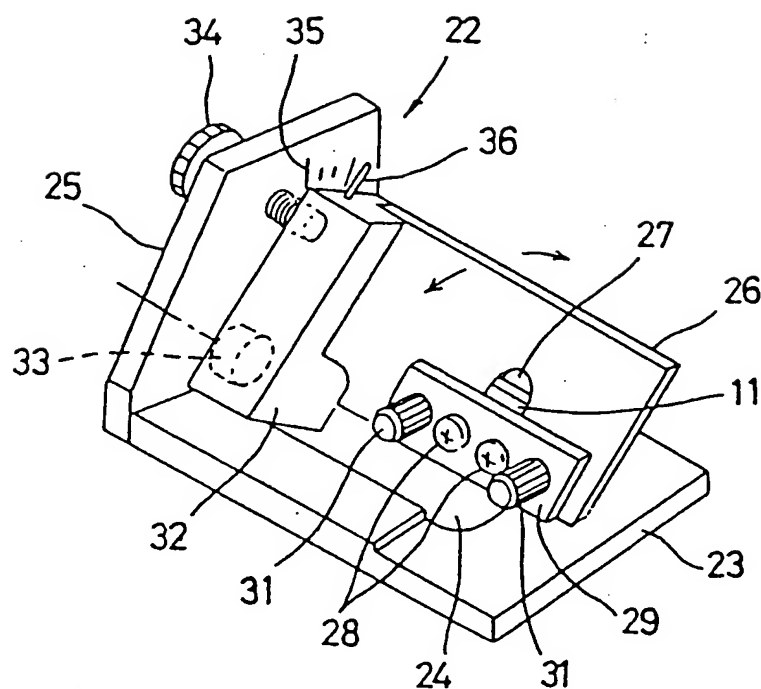


Fig.4

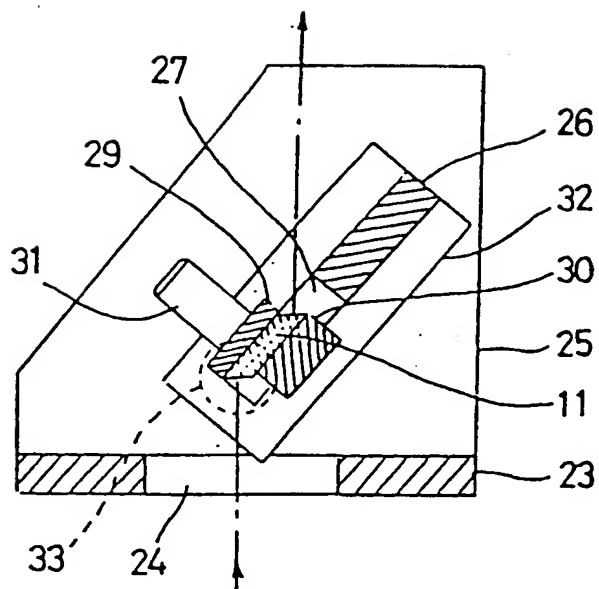


Fig. 5

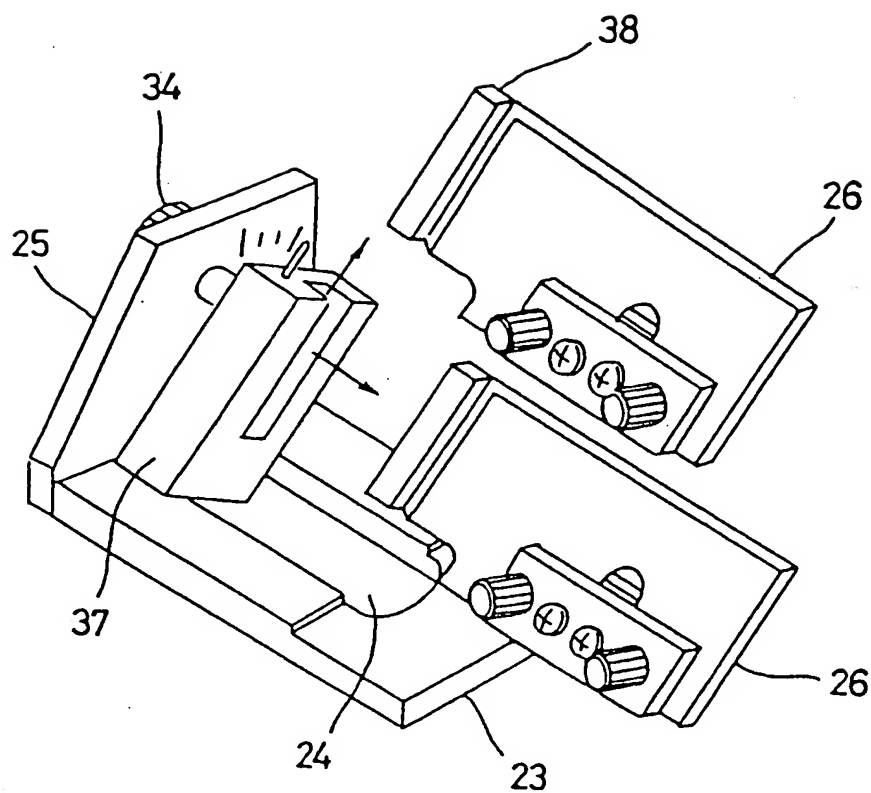


Fig. 6

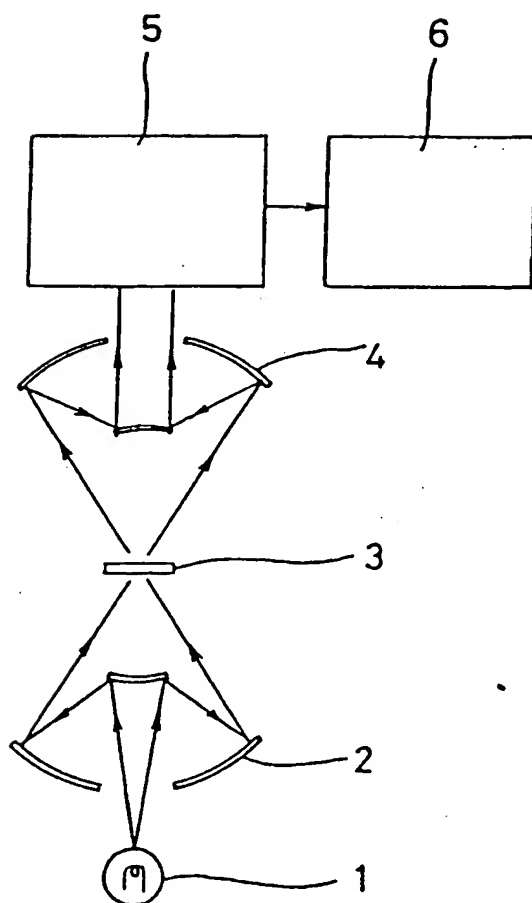


Fig. 7

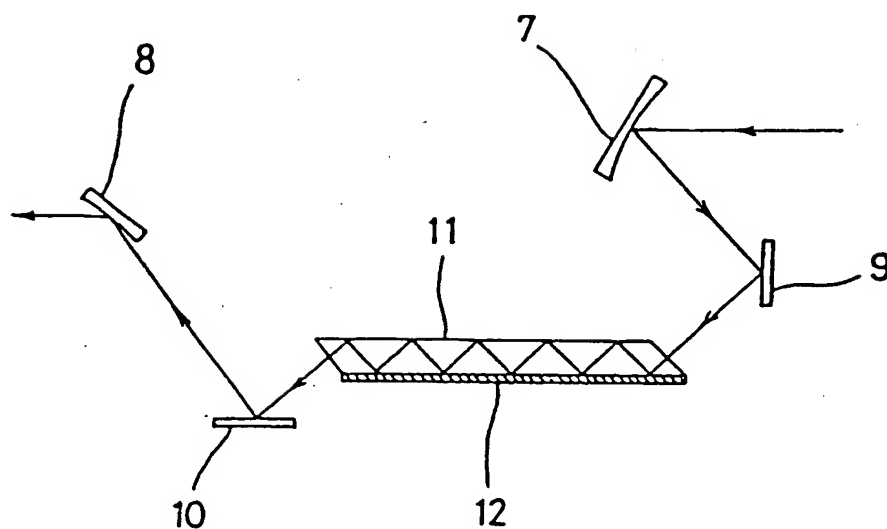
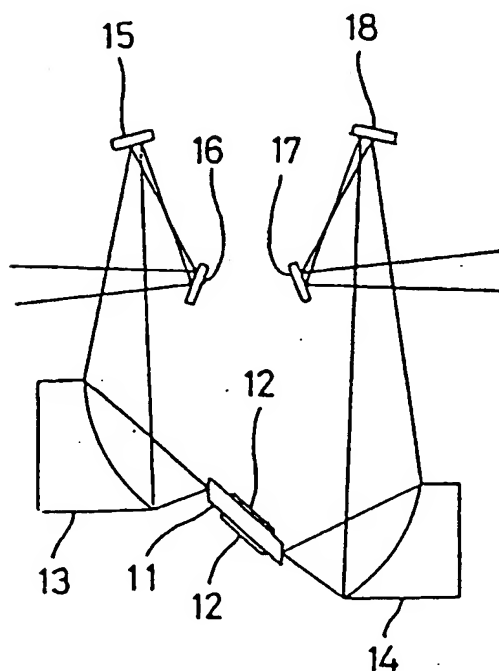


Fig. 8



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.